

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

EP/03/10617

Aktenzeichen:

102 57 716.1

Anmeldetag:

11. Dezember 2002

Anmelder/Inhaber:

Institut für Textilchemie der Deutschen
Institute für Textil- und Faserforschung Stuttgart,
Denkendorf, Württ/DE

Bezeichnung:

Optischer Sensor zur Bestimmung von Farbstoff-
konzentrationen in flüssigen Medien und Verfahren
zu dessen Betrieb

IPC:

G 01 N 21/25

REC'D 04 DEC 2003

WIPO PCT

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 16. Oktober 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident

Im Auftrag

Feust
Feust

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Institut für Textilchemie der Deutschen Institute für Textil- und Faserforschung
Stuttgart, 73770 Denkendorf, DE

5

Optischer Sensor zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien und Verfahren zu dessen Betrieb.

Die Erfindung betrifft einen optischen Sensor zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien sowie ein Verfahren zu dessen Betrieb.

- 10 Die Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien stellt ein wesentliches Element in der Abwasserkontrolle dar. Zudem stellt diese einen wesentlichen Parameter bei der Kontrolle und Steuerung von Spülprozessen, insbesondere bei dem Waschen von gefärbten und bedruckten Textilien dar. Bei derartigen Waschvorgängen besteht eine wesentliche Aufgabe darin, die
- 15 Dauer des Waschvorganges und damit letztlich auch den Wasserverbrauch möglichst gering zu halten. Ein Ansatz zur Optimierung derartiger Waschvorgänge besteht darin, die Spülprozesse beim Waschen von Textilien in Abhängigkeit der aktuellen Farbstoffkonzentrationen im Spülwasser zu steuern. Der Spülprozess wird dabei dann beendet, wenn die Farbstoffkonzentration im
- 20 Spülwasser einen bestimmten Grenzwert erreicht. Dadurch können unnötig lange Spülprozesse vermieden werden, wodurch der Wasserverbrauch reduziert und die Dauer des Waschvorgangs erheblich verkürzt werden kann.

Voraussetzung hierfür ist, dass während der Spülprozesse die Farbstoffkonzentration im Spülwasser fortlaufend kontrolliert werden kann.

- 25 Ein bekanntes Verfahren zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien stellt die ECSD-Messtechnik dar, bei welcher eine elektrochemische Bestimmung des chemischen Sauerstoffbedarfs des flüssigen Medi-

ums durchgeführt wird, der als Kenngröße für die Farbstoffkonzentration herangezogen wird.

Nachteilig hierbei ist, dass die Messzeiten zur Bestimmung des chemischen Sauerstoffbedarfs in der Größenordnung von einigen Minuten liegen. Aufgrund dieser hohen Reaktionszeit bei der Ermittlung von Messwerten ist diese Methode nur bedingt geeignet um Spülvorgänge beim Waschen von Textilien zu kontrollieren.

Prinzipiell können auch optische Messgeräte wie Spektralfotometer zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen eingesetzt werden. Nachteilig bei derartigen Messgeräten ist jedoch der hohe apparative Aufwand. Zudem ist nachteilig, dass zur Bestimmung der Farbstoffkonzentration im Spülwasser mittels Pumpen Proben des Spülwassers Durchflussküvetten zugeführt werden müssen, in welchen dann die Bestimmung der Farbstoffkonzentration erfolgt. Abgesehen von dem hierfür notwendigen hohen apparativen Aufwand ist hierbei nachteilig, dass aufgrund des Zeitaufwandes für das Einleiten der Spülwasserproben mittels der Pumpen in die Durchflussküvetten nur eine zeitlich verzögerte Bestimmung der Farbstoffkonzentration im Spülwasser erfolgen kann. Dies führt zu einer unerwünscht hohen Ansprechzeit bei der Steuerung des Spülvorganges.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Einrichtung und ein Verfahren bereitzustellen, mittels derer bei geringem apparativem Aufwand eine schnelle und präzise Ermittlung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien ermöglicht wird.

Zur Lösung dieser Aufgabe sind die Merkmale der Ansprüche 1 und 22 vorgesehen. Vorteilhafte Ausführungsformen und zweckmäßige Weiterbildungen sind in den Unteransprüchen beschrieben.

Der erfindungsgemäße optische Sensor dient zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien und weist wenigstens einen Messkopf auf. Der Messkopf besteht aus einer Sendereinheit mit einem sichtbare Sendelichtstrahlen emittierenden Halbleiter-Sendeelement und einer Empfängereinheit mit einem Halbleiter-Empfangelement, auf welches der eine eine Absorptionsstrecke mit flüssigen Medium durchsetzende Teil der Sendelichtstrahlen geführt ist. An den Messkopf ist über elektrische Zuleitungen eine Auswerteeinheit gekoppelt, in welcher die am Ausgang des Halbleiter-Empfangelement anstehenden Empfangssignale zur Ermittlung der Farbstoffkonzentration ausgewertet werden.

Der erfindungsgemäße optische Sensor weist einen einfachen modularen Aufbau auf und ist damit kostengünstig herstellbar. Der Messkopf des optischen Sensors weist eine kleine Baugröße auf und ist somit einfach an einer Messstelle positionierbar und flexibel einsetzbar. Weiterhin zeichnet sich der optische Sensor durch einen robusten Aufbau auf, wobei dieser nahezu wartungsfrei ist.

Ein wesentlicher Vorteil des optischen Sensors besteht darin, dass der Messkopf des optischen Sensors als Tauchsensormodul einsetzbar ist. Die im Messkopf vorgesehenen optisch aktiven Sensorelemente sind dabei als Halbleiterbauelemente ausgebildet, wodurch der Messkopf eine kleine Baugröße aufweist und auf einfache Weise im flüssigen Medium derart platzierbar ist, dass zwischen dem Halbleiter-Sendeelement und dem Halbleiter-Empfangelement eine definierte Absorptionsstrecke mit dem zu verwendenden flüssigen Medium liegt.

Um eine Beschädigung des Messkopfes bei Eintauchen in das flüssige Medium zu verhindern, sind die Sendereinheit mit dem Halbleiter-Sendeelement und die Empfängereinheit mit dem Halbleiter-Empfangelement flüssigkeitsdicht gekapselt.

Die Bestimmung der Farbstoffkonzentration im flüssigen Medium erfolgt mittels einer Absorptionsmessung, wobei die Länge der Absorptionsstrecke durch Fixierung der Sendereinheit und der Empfängereinheit an einer Halterung exakt vorgebbar ist.

- 5 Mit dem so ausgebildeten optischen Sensor kann in dem flüssigen Medium selbst die Farbstoffkonzentration fortlaufend und nahezu ohne Verzögerungszeit erfolgen. Damit können die von dem optischen Sensor generierten Sensorsignale insbesondere für eine schnelle und präzise Steuerung von Spülprozessen in einem Spülbecken, in welchem gefärbte Textilien gewaschen werden,
10 eingesetzt werden.

Besonders vorteilhaft ist hierbei, dass nur der Messkopf des optischen Sensors in das flüssige Medium eingetaucht wird.

- Die Auswerteeinheit zur Auswertung der Sensorsignale befindet sich außerhalb des Spülbeckens und ist mittels elektrischer Zuleitungen an den Messkopf angeschlossen.
15

- Infolge des modularen Aufbaus des optischen Sensors kann dieser in einfacher Weise dahingehend erweitert werden, dass mehrere Messköpfe an die Auswerteeinheit angeschlossen werden. Damit kann mit dem optischen Sensor die Farbstoffkonzentration von flüssigen Medien in mehreren Becken simultan
20 erfasst werden. Dementsprechend kann mittels der Sensorsignale eines optischen Sensors eine Steuerung von Spülprozessen in mehreren Spülbecken erfolgen.

- Aufgrund des modularen Aufbaus des optischen Sensors können die Messköpfe auch an Küvetten, insbesondere Durchflussküvetten montiert sein, so dass
25 auch die Farbstoffkonzentration in flüssigen Medien in derartigen Küvetten bestimmt werden können.

Erfindungsgemäß beruht die Bestimmung der Farbstoffkonzentrationen in einem flüssigen Medium auf einer Absorptionsmessung, wobei als Sensorsignale die Empfangssignale des Halbleiter-Empfangelements ausgewertet werden, auf welchen der die Absorptionsstrecke durchsetzende Teil der Sendelichtstrahlen auftrifft. Die Bestimmung der Farbstoffkonzentration des flüssigen Mediums erfolgt anhand des Lambert-Beer'schen Gesetzes.

Gemäß dem Lambert-Beer'schen Gesetz ist die Schwächung der Sendelichtstrahlen bei Durchgang durch die Absorptionsstrecke mit dem flüssigen Medium durch einen Extinktionswert definiert, welcher vom Produkt der Schichtdicke der Absorptionsstrecke und einem Extinktionskoeffizienten, der abhängig von der Wellenlänge der Sendelichtstrahlen und von dem im flüssigen Medium enthaltenen Farbstoff ist, gebildet ist.

Dementsprechend ist die mit einem optischen Sensor durchgeführte Absorptionsmessung abhängig von den Sensorparametern, wie insbesondere der Wellenlänge der Sendelichtstrahlen.

Zur Eliminierung der Abhängigkeit der Absorptionsmessung von sensorspezifischen Parametern wird daher vor der Durchführung der Messungen ein Kalibrierungsvorgang durchgeführt, bei welchem mittels des optischen Sensors das flüssige Medium mit vorgegebenen, bekannten Farbstoffkonzentrationen vermessen wird. Daraus wird ein sensorspezifischer Extinktionswert ermittelt, auf welchen die bei den nachfolgenden Messungen ermittelten Messergebnisse bezogen werden.

Damit sind die Messergebnisse unabhängig von den Eigenschaften des optischen Sensors. Dabei ist insbesondere vorteilhaft, dass durch die Eliminierung der Wellenlängenabhängigkeit der Messergebnisse auch mit optischen Sensoren gearbeitet werden kann, die kein monochromatisches Licht aussenden.

Voraussetzung für eine präzise Bestimmung der Farbstoffkonzentration im flüssigen Medium ist lediglich, dass der Wellenlängenbereich der Sendelichtstrahlen innerhalb des Farbspektrums des jeweils zu ermittelnden Farbstoffes liegt.

- 5 Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, Halbleiter-Sendeelement einzusetzen, welche sichtbare Sendelichtstrahlen im Wellenlängenbereich von 400 – 700 nm emittieren, wobei die spektrale Bandbreite der Sendelichtstrahlen bevorzugt kleiner als 100 nm ist.

10 Besonders vorteilhaft werden Halbleiter-Sendeelemente eingesetzt, die Sendelichtstrahlen im Wellenlängenbereich von etwa 470 nm emittieren. Mit dieser Ausführungsform des optischen Sensors kann ein breites Spektrum verschiedenartiger Farbstoffe erfasst werden, da diese in dem genannten Wellenlängenbereich lichtabsorbierend sind.

Die Erfindung wird im Nachstehenden anhand der Zeichnung erläutert. Es zeigt

- 15 Fig. 1 Schematische Darstellung eines Ausführungsbeispiels des optischen Sensors zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien.

Figur 1 zeigt ein Ausführungsbeispiel eines optischen Sensors 1 zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien. Der optische Sensor 1 weist einen Messkopf mit einer Sendereinheit 2 und einer Empfängereinheit 3 auf, welche über Zuleitungen 4, 4' an eine in einem Gehäuse 5 integrierte Auswerteeinheit 6 angeschlossen sind.

20

Zum Anschluss des Messkopfes ist an der Auswerteeinheit 6 ein Stecker 7 vorgesehen. Prinzipiell können auch mehrere, vorzugsweise identische Messköpfe über separate Stecker 7 an die Auswerteeinheit 6 angeschlossen werden.

25

Die Sendereinheit 2 weist ein Sendelichtstrahlen 8 emittierendes Halbleiter-Sendeelement 9 auf. Die Empfängereinheit 3 weist ein Halbleiter-Empfangelement 10 zum Empfang der Sendelichtstrahlen 8 auf. Das Halbleiter-Sendeelement 9 emittiert sichtbare Sendelichtstrahlen 8 im Wellenlängenbereich von 400 – 700 nm, wobei die spektrale Bandbreite der Sendelichtstrahlen 8 kleiner als 100 nm ist. Dabei kann das Halbleiter-Sendeelement 9 von einer Leuchtdiode oder einer Laserdiode gebildet sein. Im vorliegenden Fall besteht das Halbleiter-Sendeelement 9 aus einer GaN-Leuchtdiode, die eine maximale Strahlungsleistung bei einer Wellenlänge von 470 nm aufweist.

Das Halbleiter-Empfangelement 10 besteht aus einem Fototransistor, einer Fotodiode oder einem Fotowiderstand. Die spektrale Empfindlichkeit des Halbleiter-Empfangelements 10 ist an die Wellenlänge der Sendelichtstrahlen 8 angepasst. Die fotoempfindliche Schicht des Halbleiter-Empfangelements 10 besteht bevorzugt aus Cadmiumselenid, Cadmiumsulfid oder Mischungen hiervon.

Im vorliegenden Fall weist die Sendereinheit 2 und die Empfängereinheit 3 jeweils eine lichtdurchlässige und flüssigkeitsdichte Kapselung 11, 12 zur Aufnahme des Halbleiter-Sendeelements 9 bzw. des Halbleiter-Empfangelements 10 auf. Die Kapselung 11, 12 besteht beispielsweise aus Epoxidharzen oder Polymethacrylaten. Prinzipiell können als Kapselungen 11, 12 auch dichtschießende Glasgefäße eingesetzt werden.

In der Sendereinheit 2 kann zur Strahlformung der Sendelichtstrahlen 8 prinzipiell eine Sendeoptik oder eine spaltförmige Blende vorgesehen sein. Zudem kann dem Halbleiter-Sendeelement 9 ein Monochromator zur Erzeugung monochromatischer Sendelichtstrahlen 8 nachgeordnet sein.

Zur Bestimmung der Farbstoffkonzentration eines flüssigen Mediums wird mit dem optischen Sensor 1 eine Absorptionsmessung durchgeführt. Dabei befindet sich das flüssige Medium innerhalb einer Absorptionsstrecke, welche von den

Sendelichtstrahlen 8 durchsetzt wird. Der nicht absorbierte Teil der Sendelichtstrahlen 8 trifft dabei auf das Halbleiter-Empfangselement 10 und generiert an dessen Ausgang Empfangssignale, die in der Auswerteeinheit 6 ausgewertet werden.

- 5 Die Absorptionsstrecke kann prinzipiell von einer Küvette mit transparenten Wänden, insbesondere von einer Durchflussküvette gebildet sein. Die Sendereinheit 2 und die Empfängereinheit 3 werden dann an den Außenwänden der Küvette fixiert.

- 10 Im vorliegenden Fall ist der Messkopf als Tauchsensormodul ausgebildet, so dass dieser in Spülbecken und dergleichen eintauchbar ist um dort direkt die Farbstoffkonzentration des flüssigen Mediums zu erfassen.

- Dabei sind die Sendereinheit 2 und die Empfängereinheit 3 an einer Halterung 13 fixiert, so dass zwischen diesen ein Messspalt vorgegebener Breite entsteht, welcher die Absorptionsstrecke definiert. Vorzugsweise sind die Positionen der
15 Sender- und Empfängereinheit 3 an der Halterung 13 einstellbar.

- Die Auswerteeinheit 6 dient zur Ansteuerung des Halbleiter-Sendeelements 9 sowie zur Auswertung der am Ausgang des Halbleiter-Empfangselements 10 anstehenden Empfangssignale. Zur Stromversorgung des optischen Sensors 1 ist in der Auswerteeinheit 6 ein Netzteil 14 vorgesehen. Das Halbleiter-Sendeelement 9 und Halbleiter-Empfangselement 10 werden jeweils mit einer
20 stabilisierten konstanten Gleichspannung gespeist. Hierzu sind jeweils ein Spannungsstabilisator 15, 16 und ein Vorwiderstand 17, 18 als Anschaltung für das Halbleiter-Sendeelement 9 bzw. das Halbleiter-Empfangselement 10 vorgesehen. Zur Vermeidung von Temperaturdriften der Empfangssignale kann in dem Stromkreis des Halbleiter-Empfangselements 10 zudem ein Heißleiterbauelement wie zum Beispiel ein NTC-Widerstand integriert sein.
25

Die Auswerteeinheit 6 weist weiterhin einen Analog-/Digitalwandler 19 sowie eine diesem nachgeordnete Rechneinheit 20 auf. Die analogen Empfangssignale werden im Analog-/Digital-Wandler 19 digitalisiert und dann in die Rechneinheit 20 eingelesen. Dort erfolgt anhand der eingelesenen Empfangssignale die Bestimmung der Farbstoffkonzentration des flüssigen Mediums.

Zudem kann die Auswerteeinheit 6 eine nicht dargestellte analoge oder digitale Anzeigeeinheit zur Anzeige der aktuellen Empfangssignale aufweisen.

Die Auswertung der Empfangssignale, die als Strom- oder Spannungssignale zur Verfügung gestellt werden können, erfolgt gemäß dem Lambert-Beer'schen Gesetz.

Vor der Betriebsphase des optischen Sensors 1 erfolgt dabei eine Kalibrierung des optischen Sensors 1. Dieser Kalibriervorgang erfolgt mittels Referenzmessungen, bei welchen in der Absorptionsstrecke jeweils ein flüssiges Medium mit einer bekannten, vorgegebenen Farbstoffkonzentration des zu bestimmenden Farbstoffes angeordnet ist.

Im vorliegenden Fall werden während des Kalibriervorganges zwei Referenzmessungen durchgeführt. Bei der ersten Referenzmessung befindet sich farbstofffreies flüssiges Medium in der Absorptionsstrecke. Die bei dieser ersten Referenzmessung ermittelten Empfangssignale I_0 werden in der Auswerteeinheit 6 abgespeichert. Bei der zweiten Referenzmessung befindet sich in dem flüssigen Medium eine vorgegebene Farbstoffkonzentration C_{kal} des zu bestimmenden Farbstoffes. Typischerweise liegt diese Farbstoffkonzentration im Bereich von 0,5 – 1 g/l. Die bei dieser zweiten Referenzmessung ermittelten Empfangssignale I werden ebenfalls in der Auswerteeinheit 6 abgespeichert.

Aus diesen beiden Messgrößen wird in der Auswerteeinheit 6 gemäß der nachfolgenden Beziehung ein sensor- und farbstoffspezifischer Referenz-Extinktionswert E_{kal} berechnet:

$$E_{kal} = \lg (I_o / I) = \epsilon' d C_{kal}$$

Wie aus der obigen Gleichung ersichtlich, ist der Referenz-Extinktionswert E_{kal} durch das Produkt eines fiktiven molaren Extinktionskoeffizienten ϵ' , der Schichtdicke d der Absorptionsstrecke, d.h. der Breite des Messspalts zwischen Sendereinheit 2 und Empfängereinheit 3, sowie der vorgegebenen Farbstoffkonzentration C_{kal} bei der zweiten Referenzmessung definiert.

Der fiktive molare Extinktionskoeffizient ϵ' ist durch das Produkt

$$\epsilon' = \epsilon \cdot f$$

definiert. Dabei bildet ϵ den molaren, wellenlängenabhängigen Extinktionskoeffizienten und f einen Korrekturfaktor, der von der Beschaffenheit des optischen Sensors 1 abhängig ist.

In der auf den Kalibriervorgang folgenden Betriebsphase wird die Farbstoffkonzentration des Farbstoffes, auf welchen die Kalibrierung erfolgte, in dem zu untersuchenden flüssigen Medium durch weitere Absorptionsmessungen mit dem optischen Sensor bestimmt.

Die dabei erhaltenen, die aktuellen Messwerte bildenden Empfangssignale I_{mess} werden dabei gemäß der folgenden Beziehung auf die erste Referenzmessung bezogen

$$E_{mess} = \lg (I_o / I_{mess}) = K C_x$$

Durch diese Referenzierung wird als aktuelle Messgröße der Extinktionswert E_{mess} erhalten, der ein Maß für die zu bestimmende Farbstoffkonzentration C_x bildet.

Der Proportionalitätsfaktor K ist durch die Beziehung

$$K = \varepsilon' \cdot d$$

definiert.

Die Bestimmung der Farbstoffkonzentration C_x ergibt sich nach Umformen der Gleichungen für E_{kal} und E_{mess} durch folgende Beziehung

$$\begin{aligned} C_x &= (E_{mess} / E_{kal}) C_{kal} \\ &= (\lg I_0 - \lg I_{mess}) / (\lg I_0 - \lg I) C_{kal} \end{aligned}$$

Wie aus dieser Gleichung ersichtlich ist die zu bestimmende Farbstoffkonzentration C_x durch die Messwerte I_0 , I und I_{mess} sowie die vorgegebene Referenz-Farbstoffkonzentration C_{kal} definiert. Die Bestimmung der Farbstoffkonzentration ist somit unabhängig von den sensorspezifischen Kenngrößen. Besonders vorteilhaft hierbei ist, dass zur Bestimmung der Farbstoffkonzentration C_x kein monochromatisches Sendelicht eingesetzt werden muss.

Die nachfolgende Tabelle zeigt typische Messergebnisse mit dem erfindungsgemäßen optischen Sensor 1 zur Bestimmung verschiedener Farbstoffkonzentrationen in Wasser als flüssigem Medium.

Tabelle 1

| Farbstoff | Vorgelegte Farbstoffkonzentration [g/l] | Empfangssignal [V] | Aus Messsignal errechnete Farbstoffkonzentration [g/l] | Abweichung [g/l] |
|------------------------------|--|---------------------------|---|-------------------------|
| Wasser | 0 | 2,380 | 0 | 0 |
| Remazol Tiefschwarz N | 0,1 | 1,850 | 0,093 | 0,007 |
| | 0,25 | 1,254 | 0,237 | 0,013 |
| | 0,5 | 0,568 | 0,50 | 0,000 |
| | 1,0 | 0,138 *) | 1,00 | 0,000 |
| Remazol Brilliant Blau R | 0,1 | 2,308 | 0,120 | 0,020 |
| | 0,25 | 2,226 | 0,267 | 0,017 |
| | 0,5 | 2,101 *) | 0,500 | 0,000 |
| | 1,0 | 1,880 | 0,947 | 0,053 |
| Remazol Brilliant Rot F3B | 0,1 | 2,100 | 0,106 | 0,006 |
| | 0,25 | 1,764 | 0,254 | 0,004 |
| | 0,5 | 1,398 | 0,470 | 0,030 |
| | 1,0 | 0,731 *) | 1,000 | 0,000 |
| Remazol Gelb GR | 0,1 | 2,000 | 0,120 | 0,020 |
| | 0,25 | 1,600 | 0,307 | 0,057 |
| | 0,5 | 1,213 | 0,520 | 0,020 |
| | 1,0 | 0,657 *) | 1,000 | 0,000 |

Wie aus der Tabelle ersichtlich, wurden für vier verschiedene Farbstoffe unterschiedliche Farbstoffkonzentrationen ermittelt. In der linken Spalte der Tabelle ist jeweils die vorgegebene Farbstoffkonzentration aufgetragen. Zum Vergleich sind jeweils die aus den in Form von Spannungssignalen vorliegenden gewonnenen Empfangssignalen berechneten Farbstoffkonzentrationen aufgetragen. Die für die zweiten Referenzmessungen vorgegebenen Referenz-Farbstoffkonzentrationen sind in der Tabelle jeweils mit *) gekennzeichnet.

Wie aus der Tabelle ersichtlich, ist für einen großen Bereich von Konzentrationen und für eine Vielzahl unterschiedlicher Farbstoffe eine genaue Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen im flüssigen Medium gegeben. Besonders vorteilhaft hierbei ist, dass sämtliche Messungen mit demselben optischen Sensor 1 durchgeführt werden können, der Sendelichtstrahlen 8 im Wellenlängenbereich von 470 nm emittiert. Diese Wahl der Senderwellenlänge erweist sich als vorteilhaft, da eine große Anzahl von Farbstoffen in diesem Wellenlängenbereich stark lichtabsorbierend ist.

Je nach Dicke des Messspaltes des optischen Sensors 1 können dabei Farbstoffkonzentrationen bis etwa 1 g/l bestimmt werden.

Ein weiterer wesentlicher Vorteil des optischen Sensors 1 besteht darin, dass mittels eines oder mehrerer Messköpfe in einem oder in mehreren Becken vor Ort unter Echtzeitbedingungen die Farbstoffkonzentrationen im jeweiligen flüssigen Medium bestimmt werden können. Bei einem optischen Sensor 1 mit mehreren Messköpfen kann simultan an mehreren Messstellen die Farbstoffkonzentration in flüssigen Medien bestimmt werden, wobei die Auswertung der Messsignale in der Auswerteeinheit 6 erfolgt. Der optische Sensor 1 bietet somit eine besonders flexible und kostengünstige Möglichkeit zur Bestimmung der Farbstoffkonzentrationen.

Bei der Ausbildung des Messkopfes als Tauchsensormodul kann mit diesem im Becken vor Ort und nahezu ohne Verzögerungszeit die Farbstoffkonzentration

der jeweiligen flüssigen Medien erfolgen. Der optische Sensor 1 kann somit besonders vorteilhaft zu Steuerungs- und Regelungsaufgaben in der Abwasserkontrolle eingesetzt werden. Insbesondere ist der optische Sensor 1 vorteilhaft bei der Steuerung von Spülprozessen beim Waschen von gefärbten und bedruckten Textilien einsetzbar.

P11240102

Institut für Textilchemie der Deutschen Institute für Textil- und Faserforschung
Stuttgart, 73770 Denkendorf, DE

5

Bezugszeichenliste

- | | | |
|----|---------|----------------------------|
| | (1) | Optischer Sensor |
| | (2) | Sendereinheit |
| 10 | (3) | Empfängereinheit |
| | (4, 4') | Zuleitungen |
| | (5) | Gehäuse |
| | (6) | Auswerteeinheit |
| | (7) | Stecker |
| 15 | (8) | Sendelichtstrahlen |
| | (9) | Halbleiter-Sendeelement |
| | (10) | Halbleiter-Empfangselement |
| | (11) | Kapselung |
| | (12) | Kapselung |
| 20 | (13) | Halterung |
| | (14) | Netzteil |
| | (15) | Spannungsstabilisator |
| | (16) | Spannungsstabilisator |
| | (17) | Vorwiderstand |
| 25 | (18) | Vorwiderstand |
| | (19) | Analog-/Digital-Wandler |
| | (20) | Rechnereinheit |

Institut für Textilchemie der Deutschen Institute für Textil- und Faserforschung
Stuttgart, 73770 Denkendorf, DE

5 Patentansprüche

1. Optischer Sensor zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüs-
sigen Medien mit wenigstens einem Messkopf, bestehend aus einer Sen-
dereinheit (2) mit einem sichtbare Sendelichtstrahlen (8) emittierenden
10 Halbleiter-Sendeelement (9) und einer Empfängereinheit (3) mit einem
Halbleiter-Empfangselement (10), auf welches der eine eine Absorptions-
strecke mit flüssigen Medium durchsetzende Teil der Sendelichtstrahlen
(8) geführt ist, und mit einer über elektrische Zuleitungen (4, 4') an den
Messkopf gekoppelten Auswerteeinheit (6), in welcher die am Ausgang
15 des Halbleiter-Empfangselements (10) anstehenden Empfangssignale zur
Ermittlung der Farbstoffkonzentration ausgewertet werden.
2. Optischer Sensor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass dieser
mehrere Messköpfe aufweist, welche an eine gemeinsame Auswerteein-
heit (6) angeschlossen sind.
- 20 3. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekenn-
zeichnet, dass der oder jeder Messkopf als Tauchsensormodul ausgebildet
ist, dessen Sendereinheit (2) und Empfängereinheit (3) flüssigkeitsdicht
gekapselt sind.
- 25 4. Optischer Sensor nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die
Sendereinheit (2) und die Empfängereinheit (3) zumindest im Bereich der
optisch aktiven Flächen des Halbleiter-Sendeelements (9) und des Halb-
leiter-Empfangselements (10) mit lichtdurchlässigen Materialien gekap-
selt sind.

5. Optischer Sensor nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die lichtdurchlässigen Materialien von Epoxidharzen oder Polymethacrylaten gebildet sind.
- 5 6. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 3 – 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Sendereinheit (2) und die Empfängereinheit (3) zur Definition der Absorptionsstrecke an einer gemeinsamen Halterung (13) montiert sind.
- 10 7. Optischer Sensor nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Sendereinheit (2) und die Empfängereinheit (3) an der Halterung (13) positionsverstellbar gelagert sind.
8. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass zur Ausbildung der Absorptionsstrecke eine ein flüssiges Medium aufnehmende Küvette vorgesehen ist, an deren Außenseiten die Sendereinheit (2) und die Empfängereinheit (3) angeordnet sind.
- 15 9. Optischer Sensor nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Küvette als Durchflussküvette ausgebildet ist.
10. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 1 – 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Halbleiter-Sendeelement (9) von einer Leuchtdiode oder einer Laserdiode gebildet ist.
- 20 11. Optischer Sensor nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Halbleiter-Sendeelement (9) Sendelichtstrahlen (8) im Wellenlängenbereich von 400 nm bis 700 nm emittiert.
- 25 12. Optischer Sensor nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die spektrale Bandbreite des Halbleiter-Sendeelements (9) kleiner als 100 nm ist.

13. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Halbleiter-Sendeelement (9) Sendelichtstrahlen (8) im Bereich von 470 nm emittiert.
- 5 14. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 10 – 13, dadurch gekennzeichnet, dass dem Halbleiter-Sendeelement (9) im Strahlengang der Sendelichtstrahlen (8) ein Monochromator, ein Filter, eine spaltförmige Blende oder eine Sendeoptik nachgeordnet ist.
- 10 15. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 10 – 14, dadurch gekennzeichnet, dass das Halbleiter-Sendeelement (9) mit einer konstanten Gleichspannung gespeist ist.
16. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 1 – 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Halbleiter-Empfangelement (10) von einem Fototransistor, einer Fotodiode oder einem Fotowiderstand gebildet ist.
- 15 17. Optischer Sensor nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass das Halbleiter-Empfangelement (10) von einer konstanten Gleichspannung gespeist wird.
- 20 18. Optischer Sensor nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass zur Stabilisierung der Gleichspannung für das Halbleiter-Sendeelement (9) und Halbleiter-Empfangelement (10) jeweils ein Spannungsstabilisator (15, 16) und ein Vorwiderstand (17, 18) vorgesehen sind.
19. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 17 oder 18, dadurch gekennzeichnet, dass zur Temperaturkompensation der Empfangssignale dem Halbleiter-Empfangelement (10) ein Heißleiterbauelement zugeschaltet ist.

20. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 1 – 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Auswerteeinheit (6) eine analoge oder digitale Anzeigeeinheit zur Anzeige der Empfangssignale aufweist.
- 5 21. Optischer Sensor nach einem der Ansprüche 1 – 20, dadurch gekennzeichnet, dass die Auswerteeinheit (6) eine Rechneinheit (20) aufweist, in welche die Empfangssignale über einen Analog/Digitalwandler (19) eingelesen werden.
- 10 22. Verfahren zum Betrieb eines optischen Sensors gemäß einem der Ansprüche 1 – 21, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:
- Durchführen von Referenzmessungen anhand von in der Absorptionsstrecke angeordneten Referenzmedien mit bekannten Farbstoffkonzentrationen während eines Kalibrierungsvorganges zur Bestimmung eines sensor- und farbstoffspezifischen Referenz-Extinktionswertes E_{kal} ,
- 15 nachfolgende Bestimmung von aktuellen Messgrößen bildenden Extinktionswerten E_{mess} für in der Absorptionsstrecke angeordnete flüssige Medien,
- 20 und anschließende Bestimmung der Farbstoffkonzentration in dem jeweiligen flüssigen Medium durch Referenzierung des gemessenen Extinktionswertes E_{mess} auf den Referenz-Extinktionswertes E_{kal} .
- 25 23. Verfahren nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, dass der Referenz-Extinktionswert gemäß der Beziehung $E_{kal} = \lg(I_0 / I_{kal})$ gebildet wird, wobei I_0 und I_{kal} die Empfangssignale des Halbleiter-Empfangselements (10) bei einem in der Absorptionsstrecke angeordneten farbstofffreien Referenz-Medium und dem Referenz-Medium mit einer vorgegebenen Farbstoffkonzentration C_{kal} des zu bestimmenden Farbstoffes bilden.

24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass der die aktuelle Messgröße bildende Extinktionswert E_{mess} gemäß der Beziehung $E_{\text{mess}} = \lg(I_0 / I_{\text{mess}})$ gebildet wird, wobei I_{mess} das Empfangssignal des Halbleiter-Empfangelements (10) bei dem in der Absorptionsstrecke angeordneten flüssigen Medium mit der zu bestimmenden Farbstoffkonzentration C_x des zu bestimmenden Farbstoffes bildet.
25. Verfahren nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, dass die Bestimmung der Farbstoffkonzentration C_x gemäß der Beziehung $C_x = (E_{\text{mess}} / E_{\text{kal}}) C_{\text{kal}}$ erfolgt.

P11240102

Institut für Textilchemie der Deutschen Institute für Textil- und Faserforschung
Stuttgart, 73770 Denkendorf, DE

5

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft einen optischen Sensor (1) zur Bestimmung von Farbstoffkonzentrationen in flüssigen Medien und ein Verfahren zu dessen Betrieb. Der optische Sensor (1) weist wenigstens einen Messkopf auf. Der Messkopf besteht aus einer Sendereinheit (2) mit einem sichtbare Sendelichtstrahlen (8) emittierenden Halbleiter-Sendeelement (9) und einer Empfängereinheit (3) mit einem Halbleiter-Empfangelement (10). Auf das Empfangselement (10) ist der eine Absorptionsstrecke mit flüssigen Medium durchsetzende Teil der Sendelichtstrahlen (8) geführt. An den Messkopf ist über elektrische Zuleitungen (4, 4') eine Auswerteeinheit (6) gekoppelt, in welcher die am Ausgang des Halbleiter-Empfangelement (10) anstehenden Empfangssignale zur Ermittlung der Farbstoffkonzentration ausgewertet werden.

Figur 1

Fig. 1

